

VŠB - Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

**Studium změny povrchové vrstvy po
tepelném zpracování**

Study of Change Surface Layer after Heat Treatment

Student:

Bc. Veronika Budišová

Vedoucí diplomové práce:

doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Ostrava 2014

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Veronika Budišová**
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie
Specializace: 20 Strojírenská technologie
Téma: Studium změny povrchové vrstvy po tepelném zpracování
Study of Change Surface Layer after Heat Treatment

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte výrobu a vlastnosti povrchové vrstvy.
2. Prostudujte vliv tepelného zpracování na změnu vlastností povrchové vrstvy.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proveďte experimentální práce a jejich vyhodnocení.
5. Zpracujte technickou zprávu včetně technicko-ekonomického zhodnocení.

Seznam doporučené odborné literatury:

MOHYLA, M.: *Technologie povrchových úprav kovů*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.

BROCK, T., GROTEKLAES, M., MISCHKE, P.: *European Coating Handbook*. Vincentz Verlag, Hannover, Germany, 2000. 410 s. ISBN 3-87870-559-X.

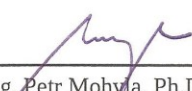
Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**


Konzultant diplomové práce: Ing. Richard Ujlaki

Datum zadání: 13.12.2013

Datum odevzdání: 19.05.2014


Ing. Petr Mohyla, Ph.D.
vedoucí katedry





doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty

MÍSTOPŘÍSEŽNÉ PROHLÁŠENÍ STUDENTA

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.

Tato práce byla vypracována se souhlasem vedení společnosti Schott s.r.o. v Lanškrouně.

Ostravě: 19.5.2014


.....
podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byla seznámena s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanský a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 19.5.2014



podpis studenta

Adresa trvalého pobytu autora práce:

Karla Čapka 541

Králíky

561 69

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Budišová, V. *Studium změny povrchové vrstvy po tepelném zpracování* Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2014, 62 s. Vedoucí práce: doc. Ing. Podjuklová, J., CSc.

Diplomová práce se zabývá studiem povrchové vrstvy niklu aplikované na slitině niklu a železa výrobku firmy SCHOTT s.r.o. sídlící v Lanškrouně. Experimentální část se zabývá hodnocením Ni povrchové vrstvy před a po tepelném zpracování. Nedestruktivní hodnocení tloušťky Ni byly změřeny pomocí přístroje Fisherscope. Mikroskopicky hodnoceno fázové rozhraní a chemické složení.

ANOTATION OF MASTER THESIS

Budišová, V. *Study of Change Surface Layer after Heat Treatment: Master Thesis*. Ostrava: VŠB - Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2014, 62 p. Thesis head: doc. Ing. Podjuklová, J., CSc.

This thesis deals with the study of the surface layer of nickel applied to the alloy of nickel and iron product companies SCHOTT s.r.o. based in Lanškroun. The experimental part deals with the evaluation Ni coating before and after heat treatment. Nondestructive evaluation of Ni thickness was measured using a device Fisherscope. Microscopic evaluation phase interface and the chemical composition.

Obsah

Seznam použitých symbolů	8
1 Úvod	11
2 Charakteristika společnosti Schott Electronic Packaging	12
2.1 Historie společnosti SCHOTT,a.s.	12
2.1.1 Historie společnosti SCHOTT EP Lanškroun s.r.o.	12
3 Nikl a jeho slitiny	15
3.1 Nikl a jeho vlastnosti.....	15
3.1.1 Fyzikální vlastnosti.....	15
3.1.2 Mechanické vlastnosti.	16
3.2 Slitiny niklu.	17
3.2.1 Konstrukční slitiny niklu.	18
3.2.2 Slitiny niklu se zvláštními fyzikálními vlastnostmi.	18
3.2.3 Žárovzdorné a žárovevné slitiny niklu.	19
3.3 Vlastnosti slitiny NiFe 47.....	20
4 Technologie tvorby vrstvy	22
4.1 Galvanické pokovování.....	22
4.2 Niklování.....	29
4.3 Síranové lázně.	29
5 Důvody použití niklové vrstvy na podkladový materiál (NiFe 47).....	31
6 Tepelné zpracování niklu a jeho slitin	31
7 Metodika experimentální práce.....	32
7.1 Měření tloušťky niklového povlaku na Fisherscopu před tepelným profilem.	34
7.1.1 Měření tloušťky Ni povlaku na M-Pin-SL 01.589.322 před tepelným profilem.	35
7.1.2 Měření tloušťky Ni povlaku na E-Pin-SL 01.589.321 před tepelným profilem.	36
7.2 Měření tloušťky Ni povlaku na Fisherscopu po tepelných profilech.....	37
7.2.1 Měření tloušťky Ni povlaku na M-Pin-SL 01.589.322 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL - 858°C).	37
7.2.2 Měření tloušťky Ni povlaku na M-Pin-SL 01.589.322 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL - 858 °C) a po (PŘEDPAJOVACÍ +ZATAVOVACÍ PROFIL - 858°C+1000 °C)	38
7.2.3 Měření tloušťky Ni povlaku na E-Pin-SL 01.589.321 po (ZATAVOVACÍ PROFIL - 1000 °C).....	39

7.3 Zkouška fázového rozhraní	40
7.3.1 Fázové rozhraní E-Pin-SL 01.589.321 (vzorek č.5 – 1mm).	40
7.3.2 Fázové rozhraní E-Pin-SL 01.589.321 (vzorek č.7 – 4mm).	41
7.3.3 Fázové rozhraní E-Pin-SL 01.589.321 (vzorek č.8 – 8mm).	42
7.3.4 Fázové rozhraní M-Pin-SL 01.589.322 (vzorek č.5 – 1mm).	43
7.3.5 Fázové rozhraní M-Pin-SL 01.589.322 (vzorek č.7 – 4mm).	44
7.3.6 Fázové rozhraní M-Pin-SL 01.589.322 (vzorek č.10 – 8mm).	45
7.4 Chemická analýza E-Pin-SL 01.589.321, M-Pin-SL 01.589.322.	46
7.4.1 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin-SL 01.589.321 bez tepelného profilu.	47
7.4.2 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin-SL 01.589.322 bez tepelného profilu	48
7.4.3 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin-SL 01.589.321 - 1 po (ZATAVOVACÍ PROFIL).	49
7.4.4 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin-SL 01.589.321 – 2 po (ZATAVOVACÍ PROFIL).	50
7.4.5 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin-SL 01.589.321 – 3 po (ZATAVOVACÍ PROFIL).	52
7.4.6 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin-SL 01.589.322 -1 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL).	53
7.4.7 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin-SL 01.589.322 -2 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL).	54
7.4.8 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin-SL 01.589.322 -3 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL)	56
8 Závěr	58
Seznam použité literatury	60

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ

ZNAČKA	VÝKLAD	JEDNOTKA
A	ampér	[-]
Al	hliník	[-]
At %	atomová hmotnost	[-]
Be	beryllium	[-]
C	uhlík	[-]
Cl	chlor	[-]
Cr	chrom	[-]
Cu	měď	[-]
CVD	chemical vapour deposition (chemická metoda deponování)	[-]
°C	stupeň Celsia	[-]
ČSN	Československá norma	[-]
dm	decimetr	[-]
FCC	kubicky plošně centrovaná	[-]
Fe	železo	[-]
°F	stupeň Fahrenheita	[-]
g	gram	[-]
GPa	giga-pascal	[-]
H ₃ BO ₃	kyselina boritá	[-]
hmot. %	hmotnostní procento	[-]

K	kelvin	[-]
kg	kilogram	[-]
kJ	kilojoule	[-]
l	litr	[-]
m	metr	[-]
min	minuta	[-]
ml	mililitr	[-]
mm	milimetr	[-]
Mn	mangan	[-]
Mo	molybden	[-]
MPa	mega-pascal	[-]
Ni	nikl	[-]
NiCl ₂	chlorid nikelnatý	[-]
NiSO ₄	síran nikelnatý	[-]
nm	nanometr	[-]
O	kyslík	[-]
PVD	physical vapour deposition (fyzikální metoda deponování)	[-]
R _{mT}	mez pevnosti	[MPa]
SEM	skenovací elektronová mikroskopie	[-]

Si	křemík	[-]
T	teplota	[°C]
t	čas	[s]
V	volt	[-]
W	watt	[-]
Wt %	objemová hmotnost	[-]
μm	mikrometr	[-]
γ	gama	[-]

1 Úvod

Strojírenská technologie je obor, který se pořád zdokonaluje. Přichází s novými technologiemi, inovacemi a to z důvodu potřeby udržet se na trhu a být stále žádan. Mezi důležitá hlediska patří zlepšování se v povrchových úpravách. Tyto úpravy a jejich vhodně zvolené provedení hrají důležitou roli především v ovlivnění životnosti, funkčnosti a také ve vzhledu výrobku. Podílejí se i na výsledné jakosti. Je nutné vymezit všechna ekonomická, technická ale i ekologická kritéria a faktory, které charakterizují danou problematiku ještě před zvolením vhodného povlaku na povrch výrobku. Nevyhovující povrchová ochrana může být příčinou nevhodnosti použití daného produktu a snížení životnosti. Vyskytnout se mohou i vyšší finanční ztráty následnou opravou popřípadě likvidací.

Povrchové úpravy (dále jen povlakování) se provádějí hlavně z důvodu zlepšení vlastností materiálů. Je to proces, který výrazně zlepšuje odolnost proti korozi, otěruvzdornosti, tvrdosti atd. Aplikovaný povlak dokáže výrazně zajistit delší životnost. Existuje několik způsobů, jak povlak nanést, může to být například galvanické pokovování, PVD a CVD metody – při těchto metodách je využíváno vakua. Pro každou metodu je nutno zvolit vhodnou technologickou přípravu. S těmito metodami dokážeme nanést povlak v mikrometrech (μm). Před každou aplikací povlaku je zapotřebí provést úpravu povrchu, buď mechanickou, nebo chemickou. Úpravu volíme podle materiálu, na který budeme daný povlak aplikovat a podle znečištění povrchu.

2 Charakteristika společnosti Schott Electronic Packaging

2.1 Historie společnosti SCHOTT, a.s.

Společnost SCHOTT má velmi rozsáhlou historii. Zakladatelem byl Otto Schott. Počátky vzniku společnosti jsou již v roce 1884 se sídlem v německém městě Jena. Roku 1889 Ernst Abbe zřídil tzv. „Carl-Zeiss-Stiftung“ (nadaci). Práce se sklem vedla mezi lety 1891 až 1919 k založení vlastního podniku v Jeně. Jediným vlastníkem byl podnik „Carl-Zeiss-Stiftung“, který byl zřízen již zmíněným Ernestem Abbe.

O několik let později nastala velká změna. Roku 1948 byl závod v Jeně vyvlastněn. V roce 1952 došlo k obnovení založeného podniku ve městě Mainz. Mainz se stává hlavní centrálou skupiny SCHOTT. Zavedení výroby a prodeje dceřiných společností v západní a jižní Evropě nastalo o 11 let později a to v roce 1963. Mezi lety 1991 až 1995 nastává sjednocení s Německem, SCHOTT v Mainz přebírá vlastnictví Jenaer Glaswerk. Historický vývoj byl završen roku 2004 velkou restrukturalizační změnou, která se týkala přeměny společnosti na akciovou. [1]

2.1.1 Historie společnosti SCHOTT CR, s.r.o. – závod Electronic Packaging Lanškroun

Společnost byla oficiálně založena v roce 1993. V následujících letech se začala společnost rozrůstat a stala se renomovaným výrobcem a dodavatelem komponentů pro elektronický a automobilový průmysl. Jedním z důvodů byla vysoká kvalita výrobních postupů i výsledných výrobků, které byly certifikovány v souladu se všemi relevantními průmyslovými normami. Společnost SCHOTT je vysoce uznávaný dodavatel sklo-kovových průchodek a komponentů ze speciálního skla. Výrobky jako jsou například kryty airbagu, společnost patří k vedoucím výrobcům na trhu. Mezi klíčové trhy dodávaných výrobků patří mimo i jiné automobilový a optoelektronický průmysl.

Za svou existenci se závod v Lanškrouně stal významnou výrobní lokalitou v oblasti komponentů pro automobilový průmysl. Celá skupina SCHOTT zaměstnává přibližně 16 000 zaměstnanců v 35 zemích. Závod v Lanškrouně byl od svého otevření několikrát rozšířen a vývoj nových produktů probíhá paralelně s hlavním sesterským závodem v Landshutu (Německo). Který je vedoucím pracovištěm v oblasti vývoje technologií zpracování pro divizi SCHOTT Electronic Packaging. Celá divize EP je pak předním výrobcem krytů a komponentů pro ochranu citlivé elektroniky. Základní

technologie zahrnují sklo-kovové a keramicko-kovové komponenty, tepelné pojistky pro elektrická zařízení a širokou paletu inovativních výrobků ze speciálního skla. Divize zaměstnává 1 500 pracovníků v pěti výrobních lokalitách a několika expertních centrech v severní Americe, Evropě a Asii. K dalším činnostem patří místní zákaznická podpora a vývoj zakázkových obalových řešení v oblasti elektroniky. [2]



Obr.1 Společnost SCHOTT v Lanškrouně [3]

SCHOTT Electronic Packaging Lanškroun s.r.o. je držitelem certifikátů /obr.2/



Obr.2 Certifikáty společnosti [2]



Obr.3 Komponenty pro automobilový průmysl [1]



Obr.4 Sklo-keramická varná deska CERAN [4]



Obr.5 Antireflexní sklo [5]



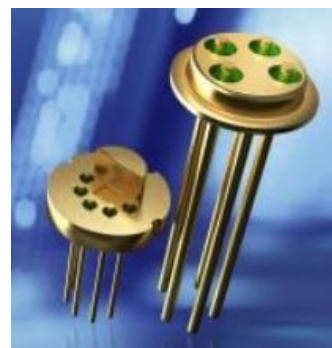
Obr.6 Solární moduly [6]



Obr.7 Skleněné injekční stříkačky [7]



Obr.8 Součástky do airbagů [8]



Obr.9 Pouzdra pro elektroniku [9]

3 Nikl a jeho slitiny

3.1 Nikl a jeho vlastnosti

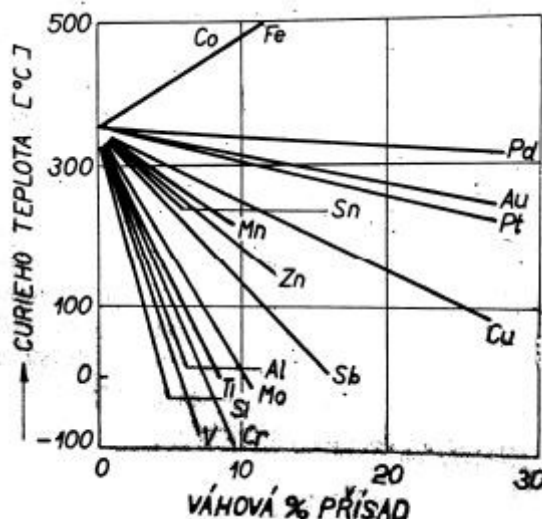
Nikl, chemická značka Ni je - bílý, těžký, drahý

- kujný (lze jej kovat a válcovat na plech nebo z něj vytahovat dráty)
- tažný a feromagnetický kov
- na vzduchu stálý, odolný vůči zásadám [10], [13], [15]

3.1.1 Fyzikální vlastnosti

Krystalová mřížka: až po teplotu tání je za běžných podmínek kubicky plošně centrovaná (FCC). Při zvláštních okolnostech může krystalizovat i v hexagonální mřížce. Až do teploty 300°C je nikl v hexagonální mřížce nemagnetický. Po překročení již zmíněné teploty se stává feromagnetickým s mřížkou kubicky plošně centrovanou. [11], [12]

Magnetické vlastnosti: Nikl, železo a kobalt jsou silně feromagnetické. Čistý nikl a jeho Curieho bod leží na teplotě 357°C, přítomnost příměsín posouvá jeho polohu buď k nižším, nebo vyšším teplotám. Na /obr. 10/ je vidět jaké příměsí mají vliv na posun polohy.



Obr.10 Vliv příměsí na teplotu Curieho bodu [12]

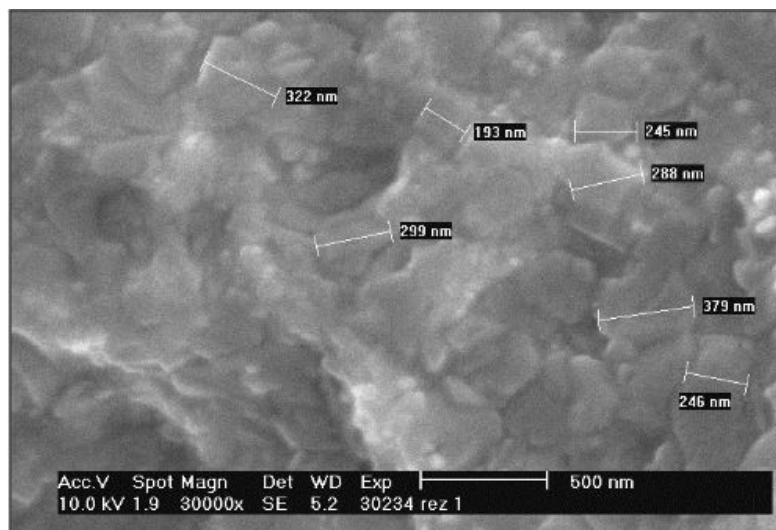
Teplotní vlastnosti: Teplota tání a varu je 1 453 °C a 2 730 °C. Koeficient teplotní roztažnosti je $13,3 \mu\text{m.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, měrná tepelná kapacita: $0,471 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ při 100 °C, rekrytalizační teplota 370 °C, tepelná vodivost $82,9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ při 100 °C. [11]

3.1.2 Mechanické vlastnosti

Zde záleží na čistotě, případně na dalším legování. Čistý nikl (Nikl 200) dosahuje meze kluzu v tahu 148 MPa a pevnosti v tahu 462 MPa při tažnosti 47%. Youngův model (model pružnosti) je blízký k ocelím 204 GPa. Je zde dobrá zpracovatelnost za studena i za tepla. Nikl a jeho slitiny si zachovávají své pevnostní charakteristiky při vysokých teplotách v rozmezí (400-550 °C u běžných slitin, některé superslitiny přibližně až do 800°C). [13]

Aplikace z celkového objemu vyráběného niklu [13]

- | | |
|--|--------|
| • nerezavějící oceli | 66% |
| • legované oceli | 5% |
| • slitiny neželezných kovů (na bázi Ni,Cu) | 12% |
| • poniklování | 7% |
| • slévárenství, ostatní | 4%, 6% |



Obr.11 Mikrostruktura čistého niklu [14]

Na /obr.11/ můžeme vidět heterogenní rozložení zrn čistého niklu s průměrnou velikostí zrn kolem 300 nm. Zobrazeno pomocí SEM. [14]

3.2 Slitiny niklu

Vyznačují se vysokým elektrickým odporem, odolností proti korozi a opalu, vysokou pevností, žárupevností a houževnatostí. Dělí se do několika základních skupin:

Konstrukční slitiny niklu

- Slitiny Ni-Cu
- Slitiny Ni-Be
- Slitiny Ni-Mn
- Slitiny Ni-Mo

Slitiny niklu se zvláštními fyzikálními vlastnostmi

- Termočláňkové slitiny Ni-Cr
- Odporové slitiny s bází Ni-Cr
- Magneticky měkké slitiny

Žárovzdorné a žárovevné slitiny niklu

- Slitiny žáruvzdorné (báze Ni-Cr nebo Ni-Cr-Fe)
- Slitiny žárovevné (báze tuhý roztok Ni-Cr) [13], [15]

3.2.1 Konstrukční slitiny niklu

Ni-Cu

Jedná se o slitinu niklu a mědi, tzv. *monely*, mají vysokou odolnost proti korozi. Používá se jak v potravinářském tak chemickém i farmaceutickém průmyslu pro výrobu zařízení. Monely komplexně legované s přísadou Si, Mn a Fe mají podle zpracování a složení pevnost 500 až 1 200 MPa. S přísadou hliníku jsou vytvrditelné a dosahují pevnosti až 1 400 MPa. Monely používané pro slévárenské účely a tváření se liší zvýšeným obsahem křemíku (3 až 4 hmot. %).

Ni-Be

Jsou vhodné pro pružiny, membrány a trysky do teploty 500 °C. S obsahem beryllia do 2 hmot. % (obdobu beryliových bronzů) po vytvrzení dosahují pevnosti až 1 800 MPa při dobré houževnatosti.

Ni-Mn

Jejich odolnost vůči korozi je výborná i za vyšších teplot v prostředí obsahujícím sirné sloučeniny. Tato slitina je používána pro elektrody zapalovacích svíček.

Ni-Mo

Tyto slitiny jsou vhodné pro odlitky odolávající koroznímu působení kyseliny solné a chloridé. Odolávají koroznímu praskání i bodové korozi. [13], [15]

3.2.2 Slitiny niklu se zvláštními fyzikálními vlastnostmi

Termočláňkové slitiny Ni-Cr (Cr 9 až 12 hmot. %), tzv. *chromel*. S niklovou slitinou zvanou *alumel* (1,5, 2 Mn a 2,2 Al hmot. %, zbytek Ni) tvoří termočlánek pro teplotní rozsah 300 až 1 000 °C.

Odporové slitiny s bází Ni-Cr (Cr asi 20 hmot. %) označené jako *nichrom*, *chromnikl*, *pyrochrom* jsou vhodné pro topné odpory do 1 150 °C. Lze uspořít deficitní nikl a zlepšit odolnost proti působení síry přidáním přísady železa do 25 hmot. %. Slitiny jsou vhodné jen do teplot asi 1 000 °C jako odporový materiál.

Magneticky měkké slitiny tzv. *permalloy*, obsahující nikl (22 až 64 hmot. %) i železo, jestliže obsahuje menší obsah železa tak může obsahovat také Mo, Cu, Cr, a Si. Používají se jako jádra do transformátorových měřících zařízení a přístrojů.

Při použití velmi čistých komponent a náročné výrobní technologii lze dosáhnout vysokých magnetických vlastností. [15]

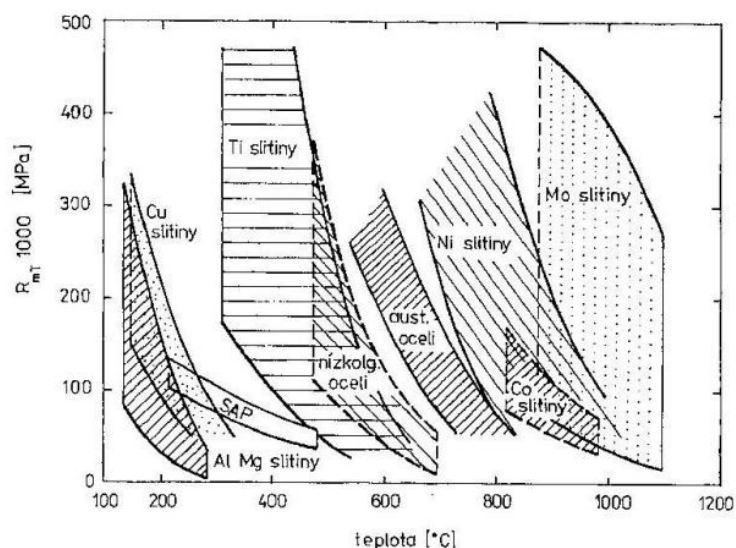
3.2.3 Žárovzdorné a žárovevné slitiny niklu

Materiály z těchto slitin jsou drahé a jsou určeny pro teplotně a napěťově nejvíce exponované součásti /obr.12/. Tavení a odlévání těchto slitin vyžaduje vakuovou technologii, která je velmi nákladná. Mezi další nákladné a obtížné operace patří tváření i obrábění.

Slitiny žárovzdorné mají bázi Ni-Cr nebo Ni-Cr-Fe. Nikl s chromem tvoří soustavu s úplnou rozpustností v tuhém stavu. Základní prvek podmiňující udržení žárovzdornosti je chrom. Obsah tohoto prvku bývá od 15 do 30 hmot. %. Je zde nutné minimální zastoupení obsahu uhlíku, protože by mohl tvořit nežádoucí fáze.

Slitiny žárovevné, báze tuhý roztok Ni-Cr. Přísadové prvky tvořící hlavní vytvrzující fázi jsou hliník a titan, a prvky karbidotvorné, substitučně zpevňující niklovou matici a vytvářejí vlastní karbidy. Přísadové prvky přecházejí do tuhého roztoku při rozpouštěcím ohřevu žárovevných slitin. Metastabilní tuhý roztok vzniká při ochlazování, následným stárnutím se vylučují vysoce disperzní precipitáty. [15]

U slitin niklu je vysoká žárovevnost podmíněna přítomností velmi jemných precipitátů fáze γ' , které musí být rovnoměrně rozděleny v celém objemu slitiny. Žárovevnost slitin s objemovým procentem roste.



Obr.12 Mez pevnosti R_{mT} při tečení hlavních skupin konstrukčních kovových materiálů, doba expozice 1 000 h. [15]

3.3 Vlastnosti slitiny NiFe 47

Základní vlastnosti slitiny nikl-železo (NiFe 47) nebo také NILO 52. Obsah niklu se může měnit podle požadavků. NILO slitiny jsou rozděleny do kategorií jako kontrolované expanze slitin. Řízené expanzní slitiny vykazují nízký koeficient roztažnosti až do 565 °C (1050 °F). Nilo slitiny jsou pojmenovány jako nilo 36, 42, 48, 52 a NILO slitiny K v závislosti na obsahu niklu. K dispozici jsou ve formě tyče, plechy, pásy a cívky.

Tab.1 Chemické složení NiFe 47 podle DIN 17745 [21]

Werkstoffbezeichnung		Zusammensetzung in % (Massenanteil)										Dichte g/cm ³
Kurzzeichen	Nummer	Element	Ni	C	Co	Cr	Cu	Fe	Mn ^a	Mo	Si ^a	^b ungefähr
Ni 36 ^c	1.3912	min. max.	35,0 37,0	— 0,05	— —	— —	— —	Rest —	— 0,50	— —	— 0,30	8,1
Ni 38	1.3913	min. max.	37,0 40,0	— 0,05	— —	— —	— —	Rest —	— 0,60	— —	— 0,30	8,2
Ni 42 ^d	1.3917	min. max.	40,0 43,0	— 0,05	— —	— —	— —	Rest —	— 1,0	— —	— 0,30	8,2
Ni 46	1.3920	min. max.	45,0 47,0	— 0,05	— —	— —	— —	Rest —	— 1,0	— —	— 0,30	8,2
Ni 48 ^c	1.3922	min. max.	47,0 49,0	— 0,05	— —	— —	— —	Rest —	— 0,5	— —	— 0,30	8,3
NiCr 42 6	1.3946	min. max.	41,0 43,0	— 0,07	— —	5,0 6,0	— —	Rest —	— 0,50	— —	— 0,30	8,2
NiCo 29 18	1.3981	min. max.	28,0 30,0	— 0,05	16,0 18,0	— —	— —	Rest —	— 0,50	— —	— 0,30	8,3
NiCo 28 23	1.3982	min. max.	27,0 29,0	— 0,05	22,0 24,0	— —	— —	Rest —	— 0,50	— —	— 0,30	8,3
NiFe45 ^d	2.4472	min. max.	Rest —	— 0,02	— —	— —	— —	44,0 46,0	— 0,60	— —	— 0,30	8,3
NiFe46 ^d	2.4475	min. max.	Rest —	— 0,02	— —	— —	— —	46,0 49,0	— 0,60	— —	— 0,30	8,3
NiFe47 ^d	2.4478	min. max.	Rest —	— 0,02	— —	— —	— —	47,0 50,0	— 0,60	— —	— 0,30	8,3
NiFe48Cr	2.4480	min. max.	Rest —	— 0,02	— —	0,7 1,5	— —	45,0 48,0	— 1,0	— —	— 0,30	8,3
NiFe47Cr6	2.4486	min. max.	Rest —	— 0,02	— —	5,5 6,5	— —	44,5 47,0	— 1,0	— —	— 0,30	8,1

Tab.2 Tolerance průměru lineární tepelné roztažnosti pro vybrané teplotní intervaly pro expanzní slitiny podle DIN 17745 [21]

Kurzzeichen	Nummer	Temperatur-intervall	Wärmeausdehnungskoeffizient in 10^{-6} K^{-1}	Bemerkungen
Ni 36	1.3912	RT bis 100 °C	1,2 bis 1,8	Werkstoffvarianten modifizierter chemischer Zusammensetzung mit niedrigerem Wärmeausdehnungskoeffizient von $0,4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ sind bei entsprechender Glühbehandlung erhältlich.
Ni 38	1.3913	RT bis 150 °C	3,0 bis 3,8	—
Ni 42	1.3917	RT bis 300 °C	4,0 bis 5,8	Kleinere Toleranzbereiche im Wärmeausdehnungskoeffizient sind durch Eingrenzung der chemischen Zusammensetzung einstellbar.
Ni 46	1.3920	RT bis 300 °C	7,1 bis 8,4	Kleinere Toleranzbereiche im Wärmeausdehnungskoeffizient sind durch Eingrenzung der chemischen Zusammensetzung einstellbar.
Ni 48	1.3922	RT bis 400 °C	8,3 bis 8,9	—
NiCr 42 6	1.3946	RT bis 400 °C	9,6 bis 10,4	—
NiCo 29 18	1.3981	RT bis 400 °C	4,6 bis 5,6	Kleinere Toleranzbereiche im Wärmeausdehnungskoeffizient sind durch Eingrenzung der chemischen Zusammensetzung einstellbar. Werkstoffvarianten mit Martensitfreiheit bis – 196 °C sind für kleine Querschnitte lieferbar, wobei einzeln auftretende Martensitnadeln zulässig sind.
NiCo 28 23	1.3982	RT bis 400 °C	6,2 bis 7,8	Kleinere Toleranzbereiche im Wärmeausdehnungskoeffizient sind durch Eingrenzung der chemischen Zusammensetzung einstellbar. Martensitfreiheit bis – 196 °C, wobei einzeln auftretende Martensitnadeln zulässig sind.
NiFe45	2.4472	RT bis 400 °C	11,1 bis 11,7	—
NiFe46	2.4475	RT bis 400 °C	9,8 bis 10,6	—
NiFe47	2.4478	RT bis 400 °C	9,7 bis 10,5	—
NiFe48Cr	2.4480	RT bis 400 °C	9,9 bis 10,7	—
NiFe47Cr6	2.4486	RT bis 400 °C	10,0 bis 10,8	—

Tab.3 Mechanické vlastnosti [17]

Vlastnosti	Metrický
Pevnost v tahu	552 MPa
Mez kluzu	276 MPa
Modul pružnosti	159 GPa

V tabulce jsou uvedeny mechanické vlastnosti slitiny NILO 52 po žihání.

Tváření za studena

Není vhodný pro tuto slitinu, protože má tendenci deformovat koeficienty tepelné roztažnosti.

Žíhání

NILO 52 slitina může být žíhána při 850 °C - 1000 °C (1560-1830 °F). [16], [17]

4 Technologie tvorby vrstvy

Jak kovové materiály, tak i kovy jsou součástí světa a setkáváme se s nimi na každém kroku. Tyto druhy materiálů vynikají svými vlastnostmi, bohužel, ale některé z kovů snadno korodují. Existují ušlechtilé kovy i speciální slitiny, které jsou na vzduchu i ve vlhkém prostředí velice stálé. Nevýhodou těchto materiálů je jejich pořizovací cena. Z toho důvodu se v průmyslu využívá metoda, při které jsou obyčejné předměty ať už kovové nebo nekovové pokryty velmi tenkou vrstvou ušlechtilého kovu. Tato vrstva docílí jak hezkého vzhledu, tak i požadované odolnosti.

4.1 Galvanické pokovování

Technologie galvanicky vylučovaných kovů a jejich slitin je již dlouho známa, používá se jak pro vytváření povlaků na složitějších tvarech modelů (galvanoplastika), tak i na předmětech s cílem ochrany povrchu proti korozi, kde vytváří velmi tenké povlaky (galvanostegie). Základem pro tento obor jsou elektrochemické děje, mezi které patří elektrolýza a pochody probíhající v galvanických člancích. [18]

*„ Na formě, v jaké se vylučuje kov z roztoku, závisí především krystalická struktura vylučovaných povlaků. Z galvanických lázní sestavených z jednoduchých solí, se vylučují poměrně hrubozrnné povlaky, protože polarizace katod je velmi malá. Naopak z roztoků, v nichž je kation vázán v komplexním anionu, se vylučují povlaky jemnozrnné, protože polarizace katod je značná. Toto souvisí s **hloubkovou účinností** lázně. Tím rozumíme schopnost galvanické lázně vyloučit stejně tlusté povlaky na všech místech povrchu pokovovaného předmětu. Dobrou hloubkovou účinnost mají lázně obsahující komplexní soli (kyanidové). Z roztoků jednoduchých solí se vylučují povlaky nestejnětlusté, kde na výstupcích nebo hranách se usazuje mnohem tlustší vrstva kovu než na plochách*

rovných. Nejhorší hloubkovou účinnost mají chromovací lázně. Tyto rozdíly opět souvisí s různým charakterem polarizací katod v jednotlivých typech pokovovacích lázní.“ [18]

Krystalická stavba povlaku je závislá na rychlosti vytvoření krystalových zárodků (nukleí - v_n), na vlastní krystalizační rychlosti (v_r). Jemnozrnné povlaky se získají tak, že rychlost tvoření krystalových center bude velká a krystalizační rychlost malá. Lze to ovlivnit proudovou hustotou, teplotou lázně, reverzačním zapojením a přísadami. Na aktivních centrech vznikají první zárodky (geometrické výčnělky, trhlinky, apod.). Spontánní krystalizační rychlost se zvyšuje vylučováním již zmíněných center (jemnější struktura povrchu). Podstatné ovlivnění spontánní krystalizační rychlosti je způsobeno proudovou hustotou, koncentrací iontů vylučovaného kovu v elektrolytu, jeho viskozita a přítomnost koloidů ev. komplexotvorných solí. /obr.13/



Obr.13 Závislost nukleační rychlosti v_n na podmínkách elektrolýzy [18]

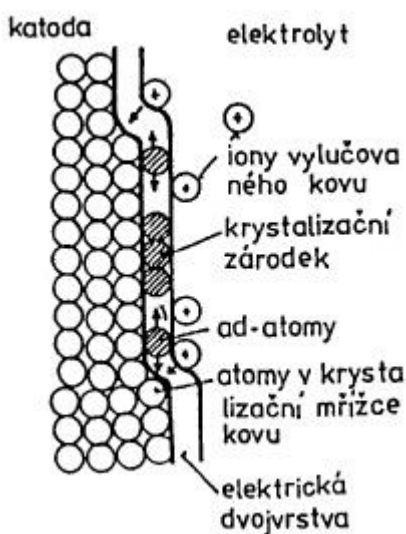
Při zvyšování teploty a proudové hustoty by se mohlo zdát, že zvyšujeme rychlost vylučování a tím rychleji získáme vhodné povlaky. Není to pravda, protože při překročení optimálních hodnot pro určitou lázeň vznikají hrubě krystalické povlaky nebo povlaky s nízkou přilnavostí. Organické látky koloidního charakteru, přidávané do galvanických lázní, mají adsorpční schopnost, obalovat jednotlivá krystalizační centra na katodovém kovu a zabraňují tím narůstání rozměrových krystalů. Existuje určitá skupina látek tzv. lesotvorné přísady, díky nimž je možné vylučovat lesklé povlaky přímo z lázně. Předměty se při reverzačním zapojení střídavě stávají katodou (delší doba) a anodou (kratší doba). Na předmětu se vylučuje kov při katodickém zapojení a při anodickém zapojení se kov rozpouští vyšší rychlostí z vrcholů drsnosti, to zapříčiní, že se povrch vyhlazuje, až vznikne lesklý povlak. [18]

Podle průběhu krystalizace můžeme galvanické povlaky rozdělit do tří skupin:

- „povlaky s převažující lineární rychlostí krystalizace (kolmo na povrch), které jsou tvořeny vláknitými resp. sloupkovitými krystalitami“
- „povlaky charakteristické krystalickými dvojčaty“
- „povlaky s periodickou tvorbou krystalizačních zárodků s omezeným růstem krystalů“ [18]

Elektrokrystalizace kovového povlaku probíhá ve čtyřech stupních: /obr.14/

- „transportní reakce kationtů vylučovaného kovu k povrchu katody cestou difúze a migrace“
- „přestup iontů fázovým rozhraním elektrolyt-elektroda spojeným s desolvatací a reakce s elektrony za vzniku vylučovaného kovu“
- „difúze absorbovaných atomů k místům, kde se zabudují do krystalické mřížky (vznik krystalizačních zárodků)“
- „růst krystalitů vylučovaného kovu“ [18]



Obr.14 Schéma elektrokrystalizace [18]

Krystalizační proces je také ovlivňován krystalickou stavbou podkladového kovu, kam je povlak vylučován. Je možno rozeznat dva druhy vazby povlaku na základní kov, slitinový a koherentní. Kovy vzniklé metalurgickou cestou se odlišují od vyloučených kovových povlaků svými fyzikálními vlastnostmi. Změny se týkají nejen struktury

vylučovaného kovu, ale i s dalšími látkami současně vylučovanými. Pórovitost a vnitřní pnutí jsou nepříznivé vlastnosti galvanických povlaků.

Žádná pokovovací lázeň v sobě nemůže slučovat všechny vlastnosti potřebné pro ideální průběh pokovování. Pokovovací lázně kyselé pracují velmi rychle, velká proudová katodická účinnost a malá hloubková účinnost. Povlaky vyloučené kyselou pokovovací lázní jsou poměrně hrubozrnné a nestejněměrné. Lázně alkalické pracují přesně naopak, pomaleji – kov se vylučuje v jemných zrnech a v stejné tloušťce. Jakost vyloučeného povlaku ovlivňuje nejen složení lázně, ale také tepelně technické, elektrické a technologické veličiny a podmínky.

Pracovní podmínky jsou především charakterizovány teplotou lázně, zabezpečením zvolených mezních stavů hladiny a účinným mícháním. Mezi elektrické veličiny patří hodnoty proudu, napětí a proudové hustoty.

Kontrola, sledování a korekce technologických podmínek, především složení lázně (obsah základních složek, přísad a nečistot) se významně podílí na jakosti a produktivitě (vylučovací rychlost, hloubková účinnost, proudový výtěžek, vyrovnávací schopnost).

Základní schéma technologického postupu galvanického pokovování

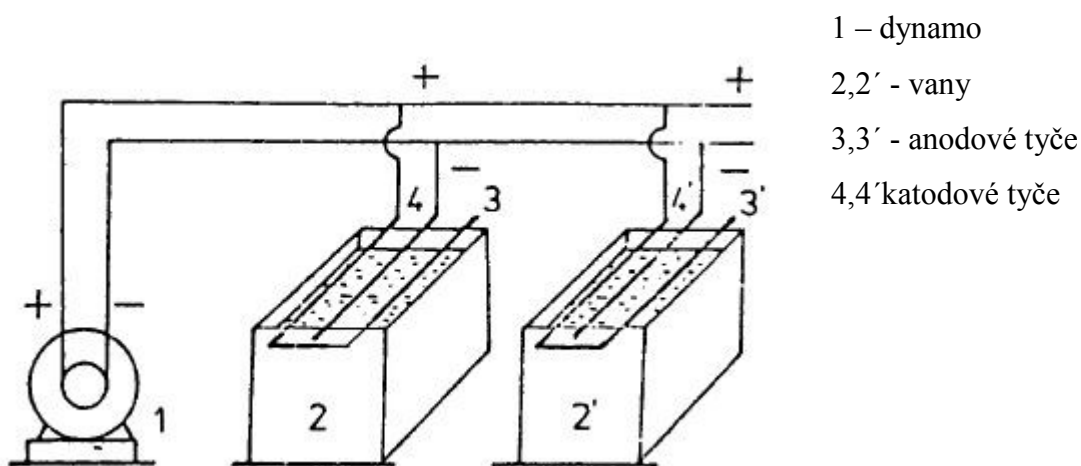
- Chemické odměštění
- Oplach
- Elektrochemické odmašťování
- Oplach
- Moření
- Oplach
- Dekapování
- Pokovení
- Oplach
- Sušení

Technologický postup závisí především na druhu zboží, druhu lázně a také na stavu povrchu zboží a technologickému vybavení galvanovny. [18]

Zařízení dílen lze rozdělit na skupiny:

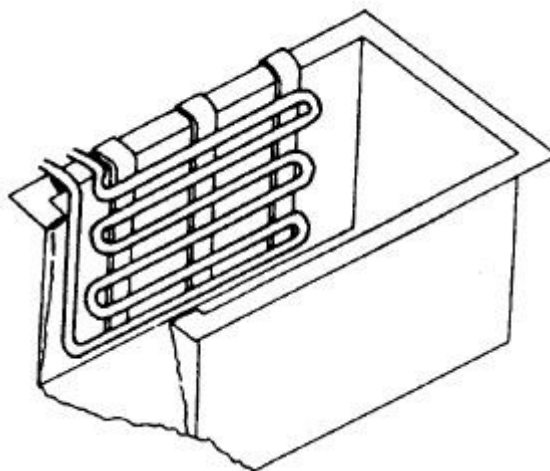
- „zdroje a rozvod elektrického proudu, regulační a měřicí přístroje“
- „vany, vzduchotechnická zařízení, přípravky, vytápění van“
- „filtrační a pomocná zařízení“
- „mechanizační a automatizační prostředky“
- „přidružená zařízení pro předúpravu ev. dokončování povrchových úprav“ [18]

Nejčastěji se používalo stejnosměrné nízkonapěťové dynamo. /Obr. 15/ Dnes je využíváno usměrňovačů s následným vyhlazováním proudu. Napětí, které je potřebné se pohybuje v rozmezí od 4 do 15 V a podle velikosti zařízení mohou mít zdroje od 1 000 do 12 000 A. Umístění zdrojů blízko van a vhodné rozmístění rozvodů zamezí ztrátám. [18]



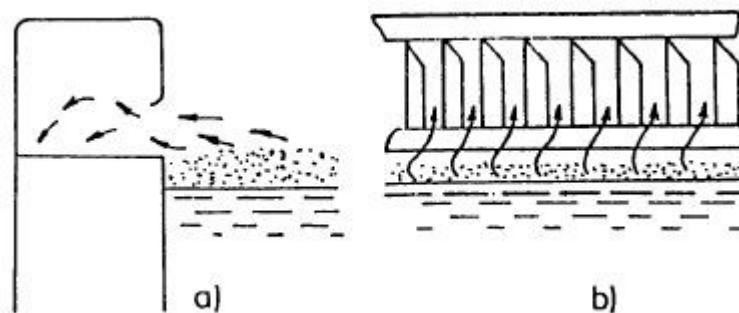
Obr.15 Schéma zapojené van při galvanickém pokovování [18]

Vany používané při galvanických procesech musí být přizpůsobené materiálem i konstrukcí složené lázně. Jsou buď dřevěné nebo ocelové vyložené olovem, plastickou hmotou nebo pryží apod. Pro výrobu drobného charakteru je možno použít kameninových van, rozměrnější výroba využívá van betonových vyložených kyselinovzdornými dlaždicemi, které jsou spojeny asfaltovými smolami. Nejčastěji články ponořené do lázně umožňují ohřívání nebo ochlazování van. /obr.16/



Obr.16 Schéma vytápění topným tělesem galvanické vany [18]

Výpary vznikající při těchto procesech se odsávají pomocí sběracího přístřešku nebo štěrbinovým odsáváním přímo z hladiny lázně se stálými nebo říditelnými klapkami.
/obr.17/



Obr.17 Schéma odsávání výparů z lázní [18]

a) vana se štěrbinou b) říditelná soustava žaluziových klapek

Vzniklým odsáváním nastává úbytek vzduchu, nutno nahradit přívodem čerstvého. V zimě je přiváděný vzduch ohříván. Pokovované součásti se ve vanách zavěšují na závěsy, ty přenášejí na předměty katodový proud a musí zaručit dokonalý kontakt s minimálním přechodovým odporem (v místě kontaktu nedochází na dané ploše k pokovení). Závěsy musí být pevné, vodivé a rozdělujeme na jednoduché nebo pro pokovení většího počtu součástí. Kontakt na závěsu je pevný nebo pružinový. Na pevný obvykle umísťujeme těžší předměty zajišťující kontakt vlastní vahou, oproti tomu pružinový – pružné deformace závěsového materiálu. Pro vhodné rozložení proudokřivek vzhledem k tvaru součásti je velmi důležitý způsob zavěšení, na tom závisí jakost pokovení i jeho rovnoměrnost. Pro zvýšení proudové hustoty anodami používáme tzv. pomocné

anody a to především u tvarově náročných výrobků (např. pokovování dutin). U předmětů s ostrými rohy a výčnělky snižujeme proudovou hustotu katodami tzv. pomocné katody. K čištění lázní od kalů vzniklých při práci nebo chemickým srážením při úpravách lázní slouží filtrace.

Různé mechanizační prostředky nám ušetří čas při vkládání kusů do lázní nebo se zavěšování na rámečky.

Zvony se používají především pro drobné výrobky, bohužel nevýhodou je příprava čerstvé lázně pro každou dávku. Možnost odstranění této nevýhody je ponoření zvonu do velkých van. Pro hromadné pokovování drobných součástí je nejvhodnější buben /obr.18/, možno převážet mezi vanami v potřebném technologickém sledu. Automatické linky jsou vhodné pro hromadnou výrobu, kde předměty přecházejí z lázně do lázně v automatizovaném taktu. Linky mohou být ovládány buď ručně anebo pomocí programů. Existují linky jednoúčelové (jeden typ pokovení a předmětu) nebo linky, kde lze kombinovat řadu technologií a druhů pokovovaných součástí. [18]



Obr.18 Bubnové zařízení [19]

4.2 Niklování

Tento způsob galvanického niklování patří mezi nejstarší metody pokovování. Povlaky z niklu se používají buď jako konečná nebo jako mezipovlak při chromování. Předměty hliníkové nebo ocelové lze niklovat přímo na základní materiál, ale z ekonomických důvodů se používá kombinace měď-nikl. Součásti ze zinku se niklují na mezipovlak mědi. Fyzikální vlastnosti určují nikl jako hlavní složku dekorativně ochranných povlakových systémů. Na trhu existuje celá řada niklovacích lázní různých vlastností. Mezi základní požadavky na povlakový systém je dobrá odolnost proti korozi při relativně malé tloušťce povlaku dále vzhledové vlastnosti a samozřejmě dobrá ekonomika provozu. Nikl je cenově vyšší než jiné materiály, proto úspory je možno dosáhnout při dodržování technicko-ekonomických opatření. Mezi tato opatření patří např. vhodná volba lázně a závěsů, vyloučení mechanického leštění, využití anod apod. Literatury se zmiňují o tzv. duplexních nebo triplexních niklových povlaku. Kombinacemi dokážeme dosáhnout postupného vylučování dvou a tří povlaků niklu s odlišnými vlastnostmi, jak mechanickými tak i korozními. Velmi dobrou přilnavost k základnímu materiálu a vyrovnávací účinek má první povlak niklu. Struktura je sloupkovitá a vzhled pololesklý, neobsahuje síru z lesotvorných přísad. Oproti tomu druhý niklový povlak má velmi vysoký lesk s relativně vysokým obsahem síry, jeho struktura je laminární. Horní povlak niklu je méně korozně ušlechtilý proti prvnímu z důvodu znečištění sírou. Tím je docíleno větší odolnosti celého systému za podstatně snížené celkové tloušťky povlaku. Dá se říci, že obdobné je to i u triplexních soustav. [18]

4.3 Síranové lázně

Síranové neboli Wattsovy lázně kde hlavním nositelem kovu v těchto lázních je síran nikelnatý NiSO_4 s přísadou minimálního množství tzv. vodící soli NiCl_2 . Síranové niklovací lázně pracují s proudovou hustotou 2 až 6 $\text{A} \cdot \text{dm}^{-2}$ a zvýšené teplotě 50 – 70 °C. Povlaky z těchto elektrolytů lze vylučovat matné s malým vnitřním pnutím a jemnozrnné. Při použití přídatku mechanických nevodivých speciálních přísad lze při použití vhodného zařízení vylučovat ze základního elektrolytu i různé speciální povlaky jako je např. nikl-seal, saténový nikl nebo niklové vrstvy, které mohou mít v sobě zabudovaný korundový nebo diamantový prášek apod. Výhoda těchto lázní je jejich jednoduchost a snadná údržba. Další výhoda, levnější než chloridové a méně korozivní. Přidáním různých přísad lze vyloučit pololesklé a lesklé povlaky. [19], [20]

Příklad niklové lázně. [20]

- SYGNAL Ni 120

Wattsova lázeň pro vyloučení pololesklých a lesklých povlaků na závěsech i hromadě.

dávkování na 100 litr. lázně:

Sygnal Ni 120	34 kg
Sygnal Ni díl II	6 kg
Sygnal Ni 122	3 litr.
Sygnal Ni 124	750 ml
Sygnal Ni 125	500 ml pro pohyb kat.tyče 100 ml pro míchání vzduchem

analytické hodnoty:

Ni	70 – 90 g/l
Cl ⁻	18 – 25 g/l
H ₃ BO ₃	35 – 45 g/l

pracovní podmínky:

proudová hustota	1 – 8 A/dm ²
napětí	2 – 12 V
teplota	45 – 60°C
hustota lázně	23 – 24 °Be
pH	4,2 – 4,8
míchání	pohyb katodové tyče nebo intenzivně vzduchem
filtrace	kontinuální
proudový výtazek	98%
vylučovací rychlost	1 μm/min při 5 A/dm ²
anody	ČSN 42 3404

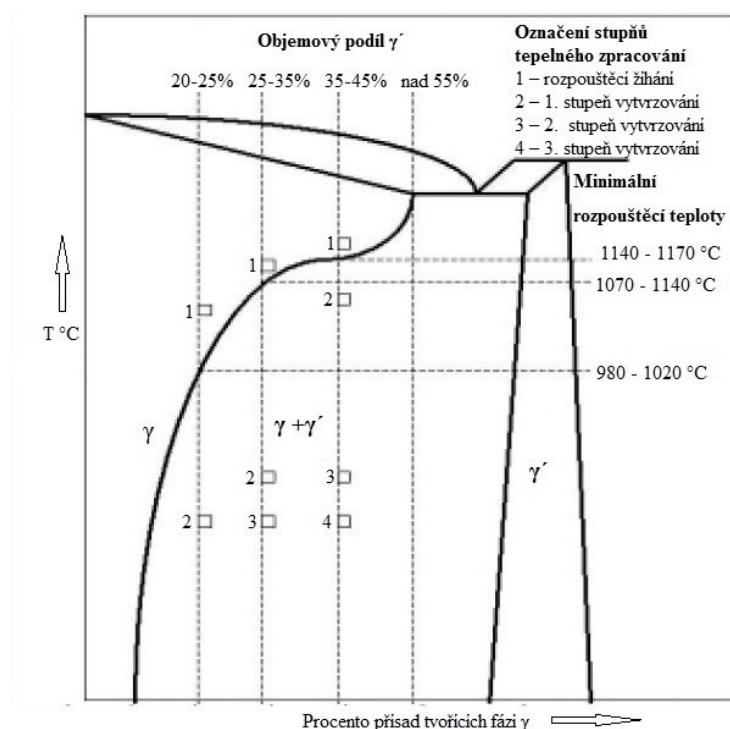
5 Důvody použití niklové vrstvy na podkladový materiál (NiFe 47)

Jedním z hlavních důvodů použití Ni je zvýšení korozivzdornosti. Nikl je také dobrý jako podkladový materiál pro finální selektivní zlacení. Materiál se poniklovává kvůli zamezení vzniku přechodového elektrického odporu mezi piny airbagu a kontakty konektoru. Pokud by přechodový odpor na kontaktech (konektor - pin) byl vyšší než minimální nemusel by se airbag při nárazu iniciovat. Elektrický odpor finálního zapalovače airbagu je kolem 2 Ohmů a tudíž i malý přechodový odpor zvýší jmenovitou hodnotu odporu a vyslaný elektrický impuls by mohl být pro iniciaci airbagu nedostatečný. Garantovaná životnost součásti je minimálně 15 let.

6 Tepelné zpracování niklu a jeho slitin

Mezi nejčastější tepelné zpracování technicky čistého niklu se používá *žihání na snížení pnutí* 300 °C/1 nebo *rekrytalizačně* 525 až 800 °C/1 h. Tepelné zpracování niklových slitin se provádí *homogenizačním a rekrytalizačním žiháním, žiháním na snížení pnutí a vytvrzováním*.

Nejnáročnější tepelné zpracování žárovevných slitin patří *vytvrzování*. Vhodná kombinace velikosti, tvaru, množství a způsobu vyloučení zpevňující fáze slitiny v jejím objemu je dosahována tepelným zpracováním se skládá z rozpouštěcího ohřevu, ochlazení a následného umělého stárnutí. Pro co nejlepší rozpuštění γ' fáze musí být teplota rozpouštěcího ohřevu dostatečně vysoká. Rozmezí teplot bývá 1 080 °C až 1 220 °C z důvodu závislosti na chemickém složení. Aby se zabránilo ochuzení povrchu součástí legujícími prvky, aplikuje se ohřev na dobu 2 h až 12 h, prováděn ve vakuových pecích nebo pecích s použitím ochranné atmosféry. Ochlazování probíhá na vzduchu. Vysokolegované slitiny s nízkou tvárností při prudkém ochlazení ve vodě vede ke vzniku trhlin. Vyšší teplota než je teplota funkční součásti nebo v případě stejné teploty probíhá stárnutí slitin. Teploty pro stárnutí se pohybují v rozmezí 700 až 950 °C. Z přesyceného tuhého roztoku se při stárnutí vylučují precipitáty fáze γ' a karbidy. Pro dosažení co nejúplnějšího vyloučení γ' fáze provázené vyšší žárovevností se některé slitiny niklu podrobují stupňovitému stárnutí. [15]



Obr. 19 Schematický diagram nikl – fáze γ [15]

7 Metodika experimentální práce

Provedené zkoušky: Měření tloušťky Ni povlaku a chemický rozbor před a po tepelných profilech a fázové rozhraní po tepelných profilech.

Část experimentální práce týkající se měření tloušťky niklové vrstvy se získanými výsledky, která byla provedena ve firmě Schott není v této diplomové práci uvedena. Firma Schott si nepřála zveřejnění výsledků. Neuvedená část se nachází v doplňkové části, která je u zadavatele a řešitele diplomové práce.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

Údaje nebyly povoleny z této stránky.

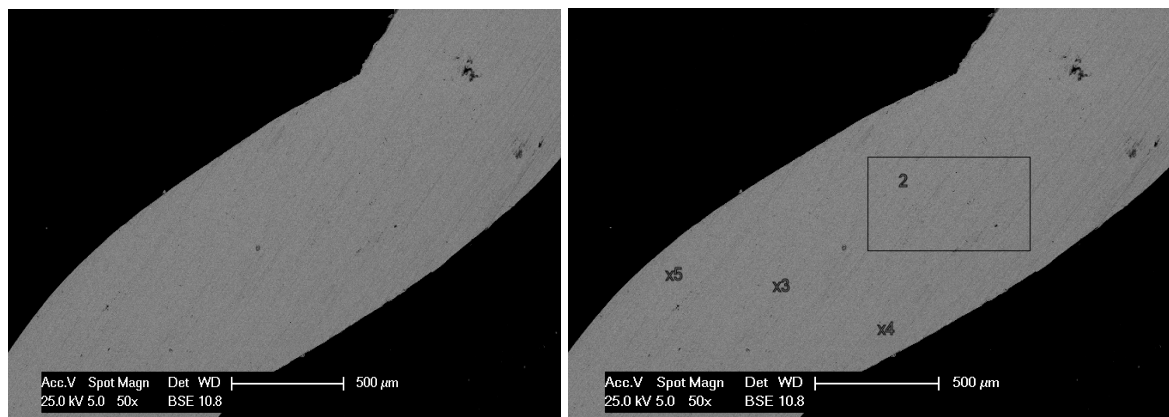
7.4 Chemická analýza

Chemický rozbor byl proveden řádkovacím elektronovým mikroskopem (SEM mikroskopie). Rozbory byly provedeny v centru nanotechnologií se sídlem na VŠB-TU Ostrava na elektronovém mikroskopu EDAX PHILIPS XL 30. Fotografie byly pořízeny při zvětšení 50x, 65x a 100x.

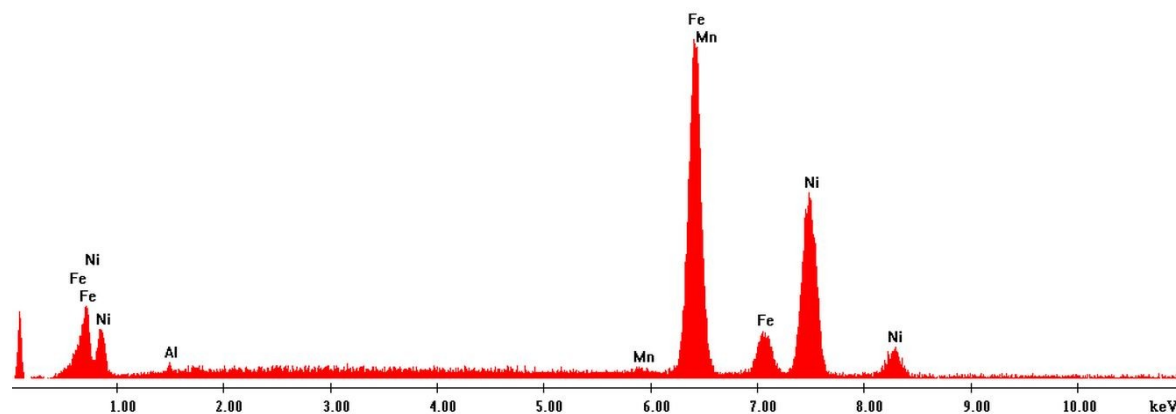
SEM analýza se používá při hodnocení povrchu povlaku. Mikroskop je založen na použití úzkého svazku elektronů. Paprsek je zpracováván elektromagnetickými čočkami a rozmítán po povrchu pozorovaného objektu. Spolu se svazkem je rozmítán elektronový svazek paprsku v pozorovací obrazovce. Vznikají sekundární elektrony, které po detekci a zesílení modelují jas elektronového paprsku v pozorovací obrazovce. Na obrazovce vznikne povrch pozorovaného vzorku. [21]

7.4.1 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin -SL 01.589.321 bez tepelného profilu

Obr.39 Zbroušený E-Pin-SL 01.589 321 (foceno na elektronovém mikroskopu EDAX PHILIPS XL 30, zvětšeno 50x)



Tyto fotografie jsou pořízeny na vzorku E-Pin-SL 01.589 321, který byl před chemickým rozbohem podélně zbroušen. Na pravém snímku jsou vidět body, ve kterých byl proveden rozbor. Chemický rozbor byl pořízen z místa označeného x3.



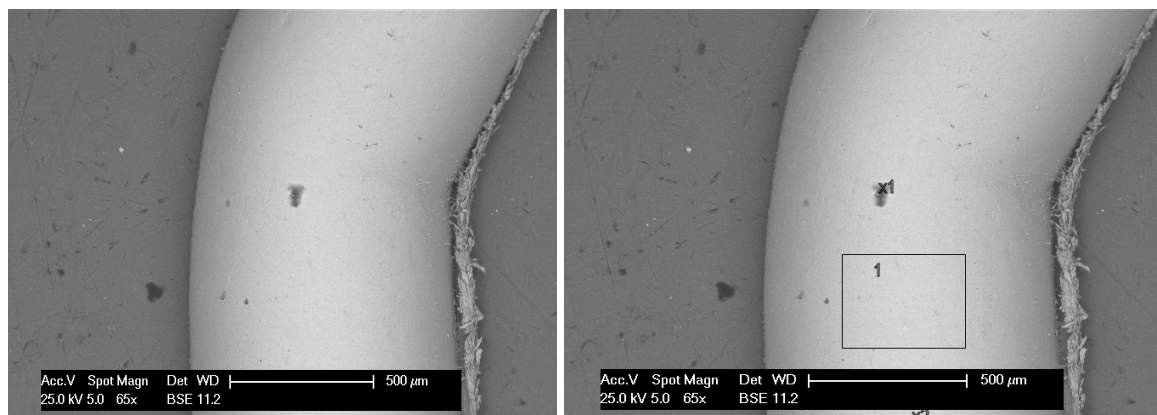
Obr.40 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321

Tab.15 Hodnoty chemického rozboru E-Pin-SL 01.589 321

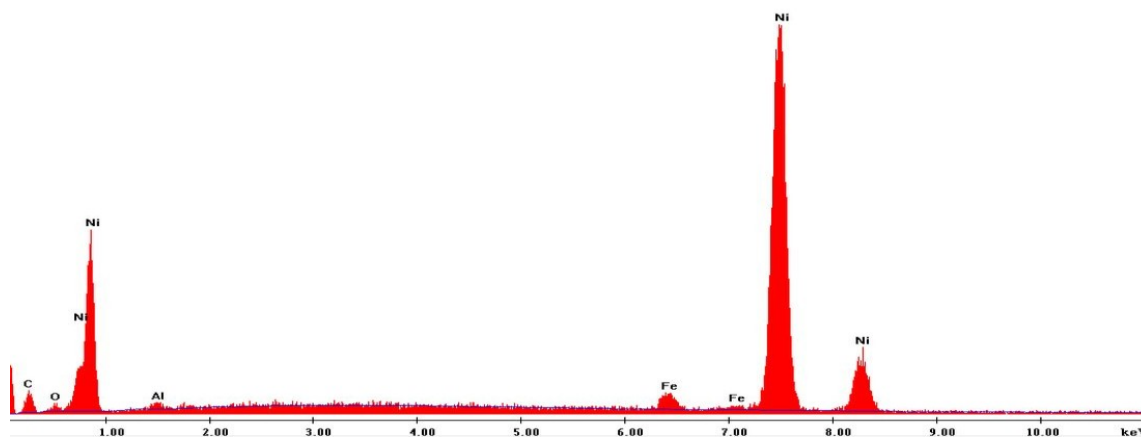
prvek	Wt%	At%
Al	1,26	2,64
Mn	0,75	0,77
Fe	51,49	51,96
Ni	46,49	44,63

7.4.2 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin -SL 01.589.322 bez tepelného profilu

Obr.41 Zbroušený M-Pin-SL 01.589 322 (foceno na elektronovém mikroskopu EDAX PHILIPS XL 30, zvětšeno 65x)



Fotografie jsou pořízeny na vzorku M-Pin -SL 01.589.322, který byl před chemickým rozбором podélně zbroušen. Místo vpichu pro rozbor je vyznačen na pravém obrázku jako bod x1.



Obr.42 Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322

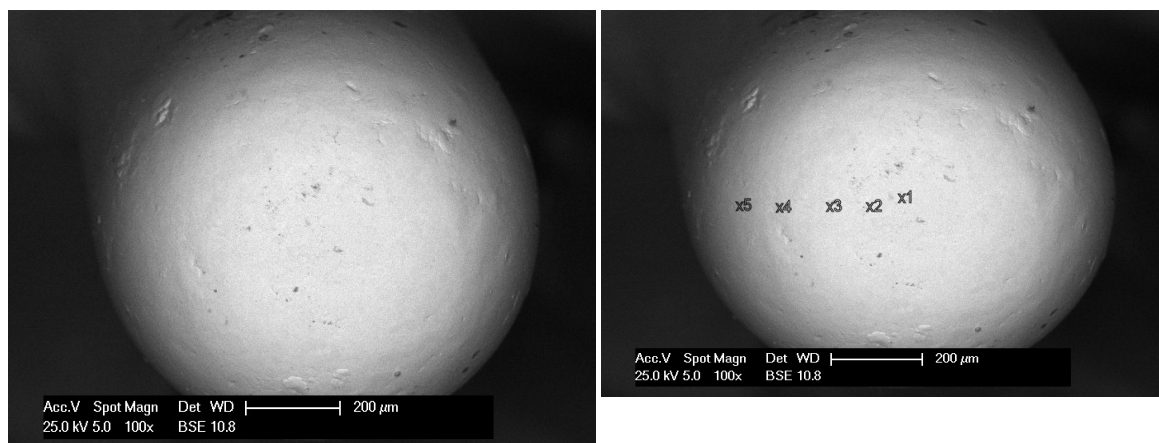
Tab.16 Hodnoty chemického rozboru M-Pin-SL 01.589 322

prvek	Wt%	At%
C	20,27	53,60
O	1,84	3,65
Al	0,88	1,03
Fe	1,77	1,00
Ni	75,25	40,71

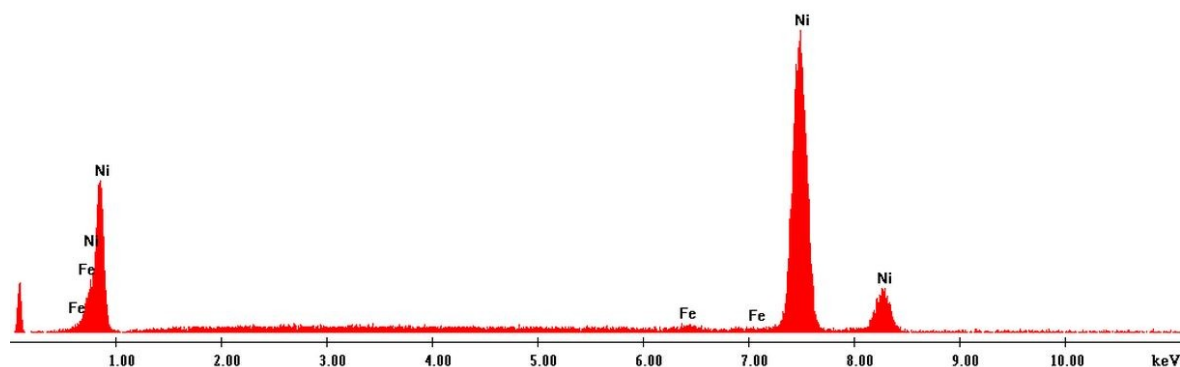
7.4.3 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin -SL 01.589.321 – 1 po (ZATAVOVACÍ PROFIL)

Pro chemický rozbor vzorku E-Pin-SL 01.589.321 byly vybrány 3 vzorky. Vzorky byly měřeny po tepelném profilu od středu do kraje.

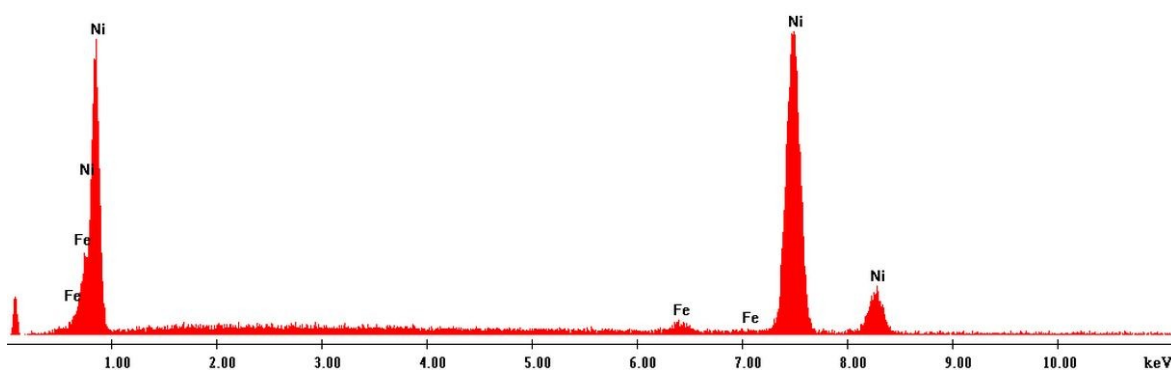
Obr.43 Povrch E-Pin -SL 01.589.321 - 1



Na fotografiích jsou vidět nerovnosti niklové vrstvy, příčinou mohly být dané nerovnosti již na základním materiálu. Na pravé fotografii jsou vyznačena místa, kde byl proveden chemický rozbor. Bylo provedeno celkem 5 měření a to od středu do kraje pinu.



Obr.43 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321-1 v bodě x1



Obr.44 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589.321-1 v bodě x5

Tab.17 Hodnoty chemických rozborů E-Pin-SL 01.589 321-1 v bodě x1, x2, x3 ,x4 a x5

<i>bod x1</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,04	1,09
Ni	98,96	98,91

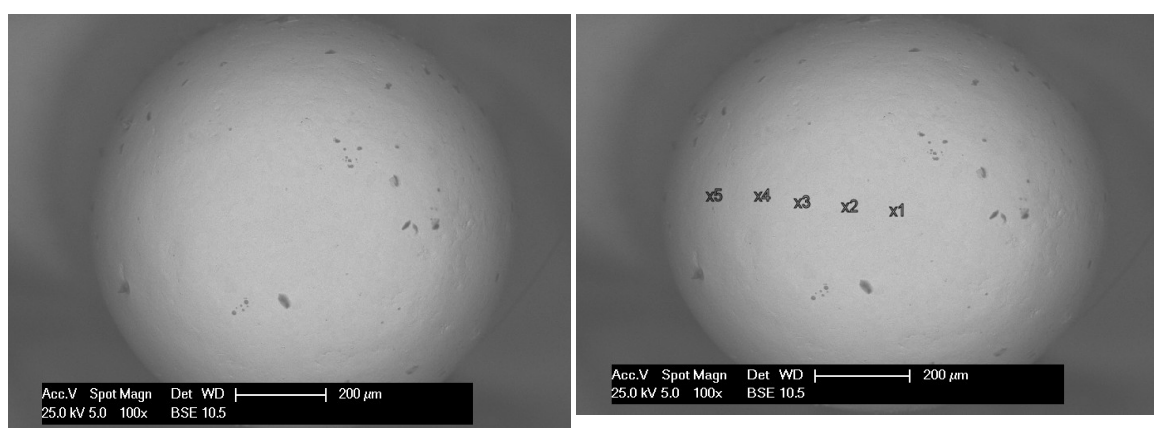
<i>bod x2</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	0,75	0,79
Ni	99,25	99,21

<i>bod x3</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,07	1,12
Ni	98,93	98,88

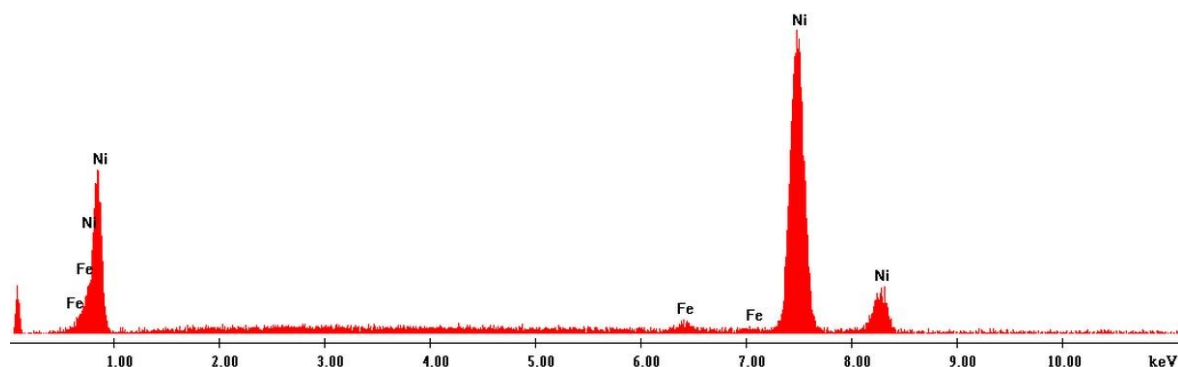
<i>bod x4</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	0,79	0,83
Ni	99,21	99,17

<i>bod x5</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,72	1,80
Ni	98,28	98,20

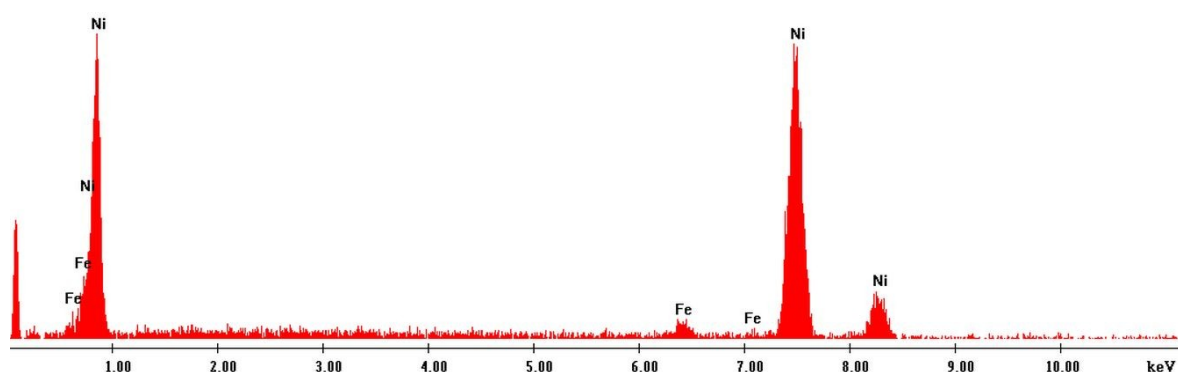
7.4.4 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin -SL 01.589.321 – 2 po (ZATAVOVACÍ PROFIL)

Obr.45 Povrch E-Pin -SL 01.589.321 - 2

Na těchto fotografiích je vidět funkční část po niklování před selektivním zlacením. Na povrchu jsou vidět nečistoty, které byly na vzorek nanесeny při manipulaci s ním. Fotografie jsou zvětšeny 100x, na fotografii vpravo jsou znázorněna místa vpichů pro chemický rozbor.



Obr.46 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321-2 v bodě x1



Obr.47 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321-2 v bodě x5

Tab.18 Hodnoty chemických rozborů E-Pin-SL 01.589 321-2 v bodě x1, x2, x3, x4 a x5

bod x1		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,62	1,70
Ni	98,38	98,30

bod x2		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,63	1,71
Ni	98,37	98,29

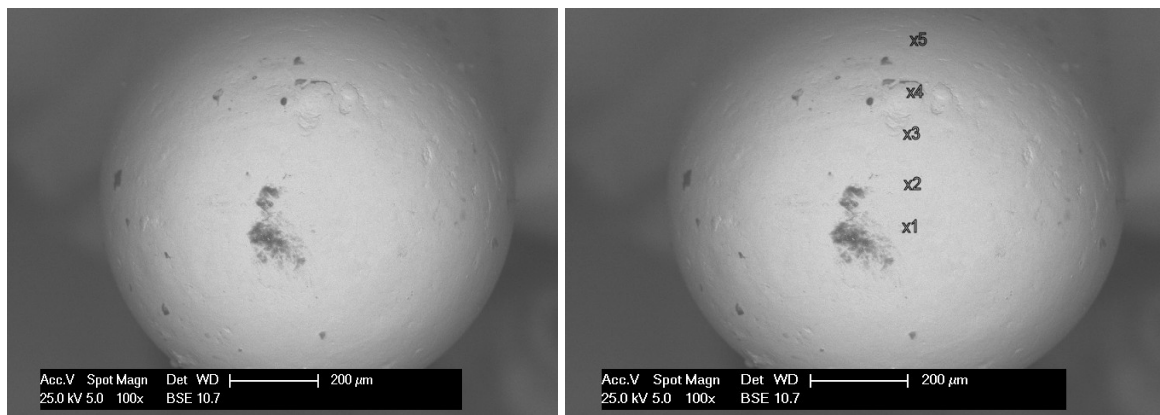
bod x3		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,58	1,66
Ni	98,42	98,34

bod x4		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,11	2,22
Ni	97,89	97,78

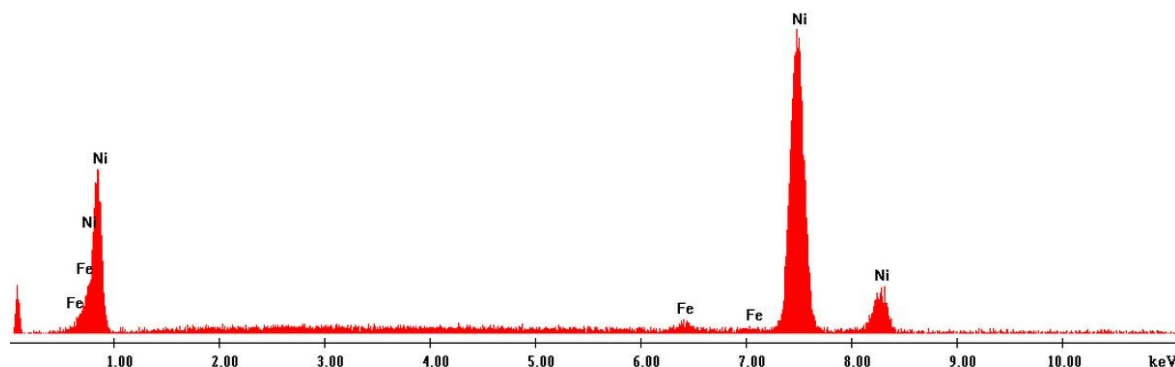
bod x5		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,17	3,32
Ni	96,83	96,68

7.4.5 Detail povrchu a chemický rozbor E-Pin -SL 01.589.321 – 3 po (ZATAVOVACÍ PROFIL)

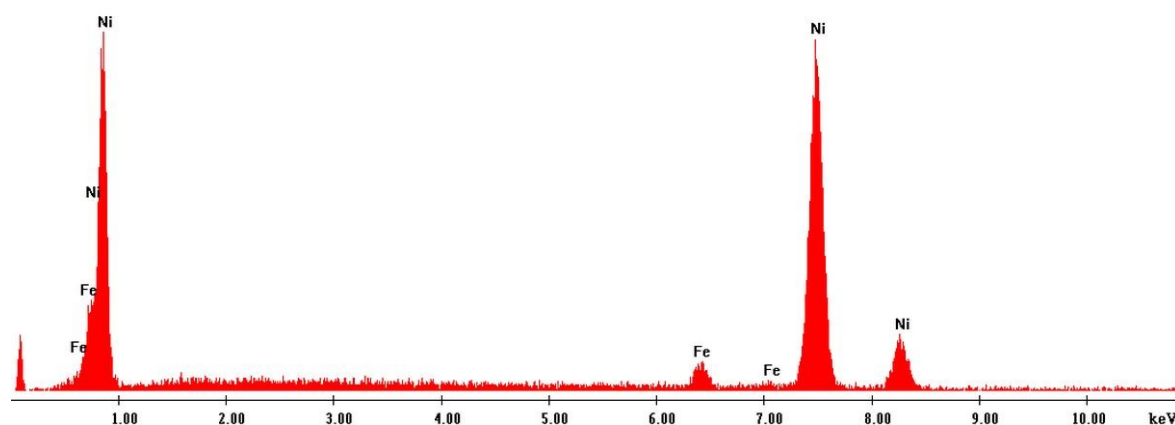
Obr.48 Povrch E-Pin -SL 01.589.321 - 3



Na těchto fotografiích je vzorek E-Pin-SL 01-589-321 – 3. Tyto fotografie byly 100x zvětšeny, na vzorku jsou patrné nerovnosti po nanesení niklové vrstvy. Tyto nerovnosti mohly být způsobeny již při samotné výrobě pinu. Na povrchu vzorku se nacházejí nečistoty, které mohly být nanесeny při manipulaci se vzorkem.



Obr.49 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321-3 v bodě x1



Obr.50 Chemický rozbor E-Pin-SL 01.589 321-3 v bodě x5

Tab.19 Hodnoty chemických rozborů E-Pin-SL 01.589 321-3 v bodě x1, x2, x3 ,x4 a x5

<i>bod x1</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	1,81	1,91
Ni	98,19	98,09

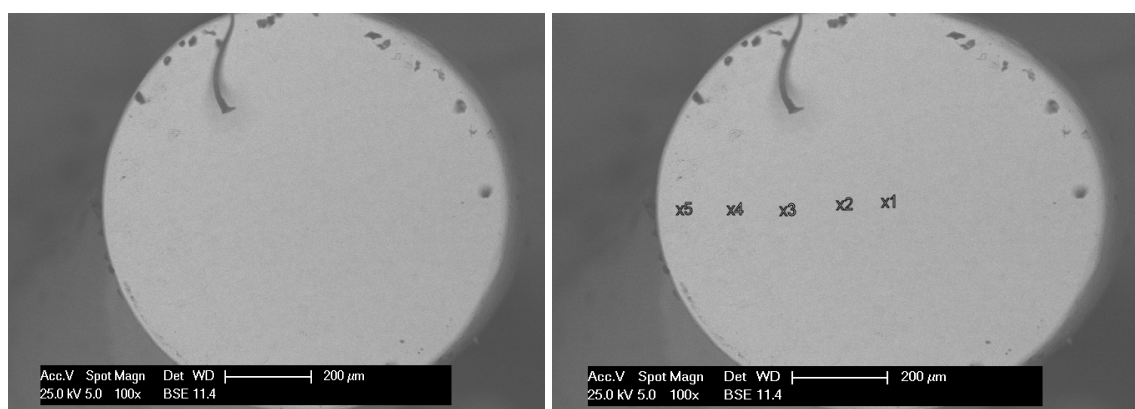
<i>bod x2</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,04	2,14
Ni	97,96	97,86

<i>bod x3</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,18	2,29
Ni	97,82	97,71

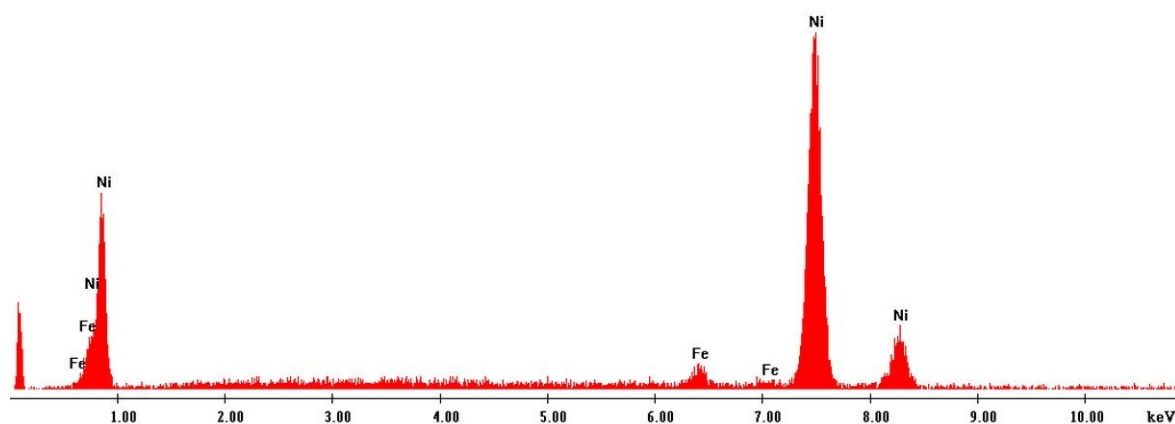
<i>bod x4</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,12	3,27
Ni	96,88	96,73

<i>bod x5</i>		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,87	4,06
Ni	96,13	95,94

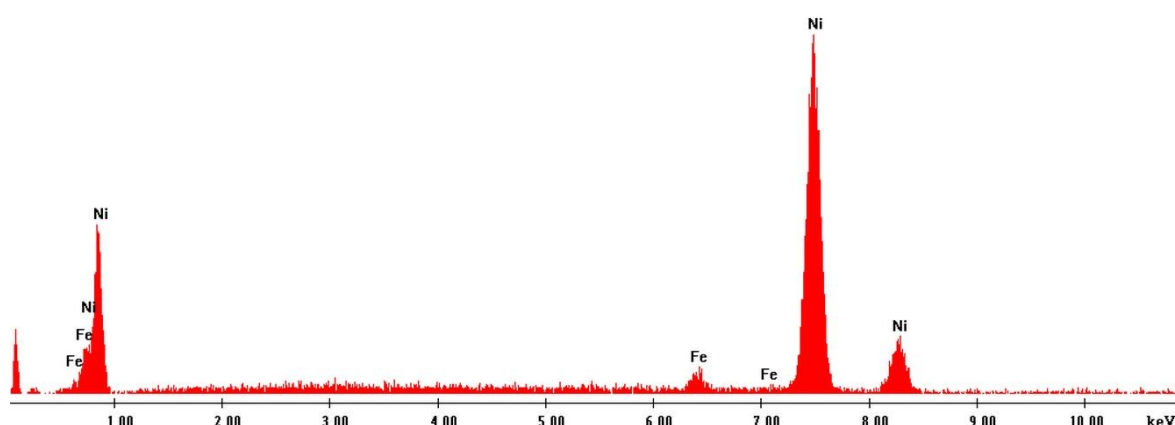
7.4.6 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin -SL 01.589.322 – 1 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL)

Obr.51 Povrch M-Pin -SL 01.589.322 - 1

Na této fotografii je vzorek M-Pin-SL 01.589 322-1. Tento vzorek má oproti výše zmíněnému vzorku E-Pin-SL 01.589.321 rovnou plochu z důvodu jiného uchycení k základně viz /Obr.21/. Vpravo na fotografii jsou označena místa vpichu pro chemický rozbor.



Obr.51 Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-I v bodě x1



Obr.52 Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-I v bodě x5

Tab.20 Hodnoty chemických rozborů M-Pin-SL 01.589 322-I v bodě x1, x2, x3, x4 a x5

bod x1		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,08	3,23
Ni	96,92	96,77

bod x2		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,14	3,30
Ni	96,86	96,70

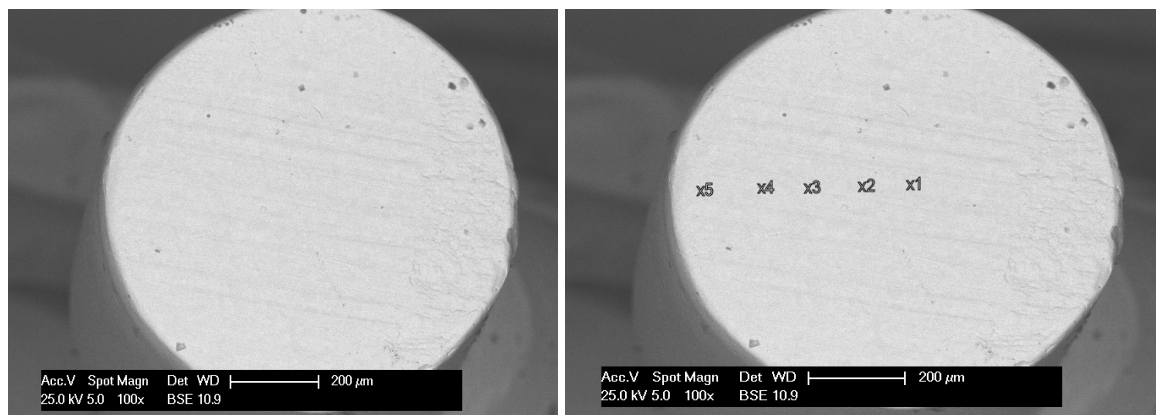
bod x3		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,96	3,11
Ni	97,04	96,89

bod x4		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,73	2,86
Ni	97,27	97,14

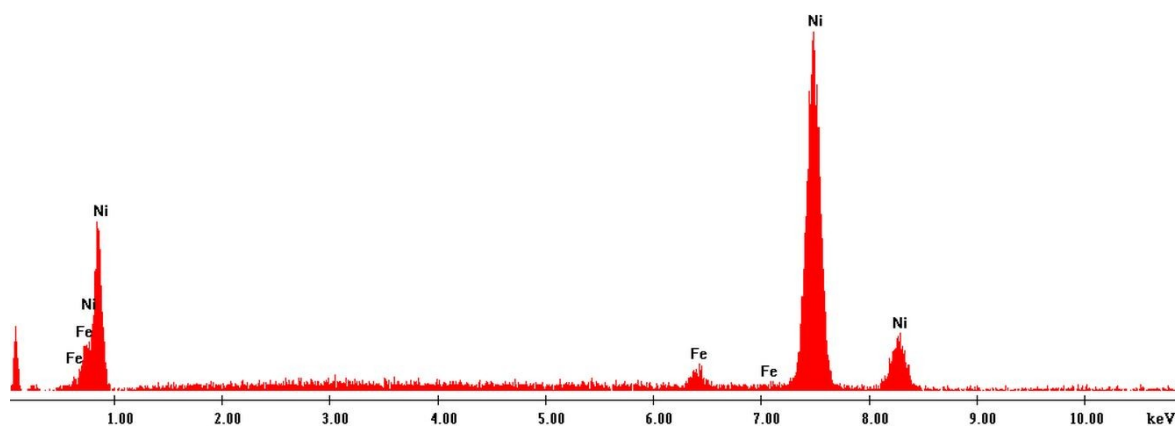
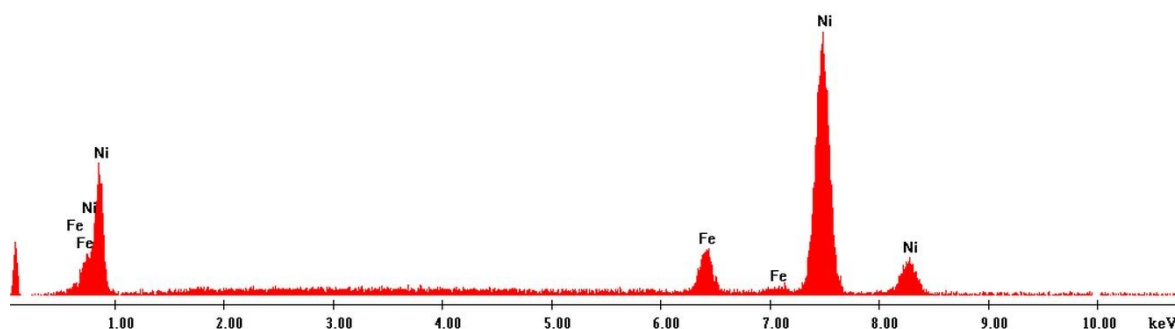
bod x5		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,84	2,98
Ni	97,16	97,02

7.4.7 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin -SL 01.589.322 – 2 po

(PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL)

Obr.53 Povrch M-Pin -SL 01.589.322 - 2

Na fotografiích na pravém boku pinu je vidět nerovnost povrchu, jak na horní části, tak na kraji. Příčinou mohla být nerovnost základního materiálu, na který byl Ni povlak nanesen. Vpravo na fotografii jsou znázorněna místa odběru pro chemickou analýzu.

**Obr.54** Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-2 v bodě x1**Obr.55** Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-2 v bodě x5

Tab.21 Hodnoty chemických rozborů M-Pin-SL 01.589 322-2 v bodě x1, x2, x3 ,x4 a x5

bod x1		
prvek	Wt%	At%
Fe	7,70	8,06
Ni	92,30	91,94

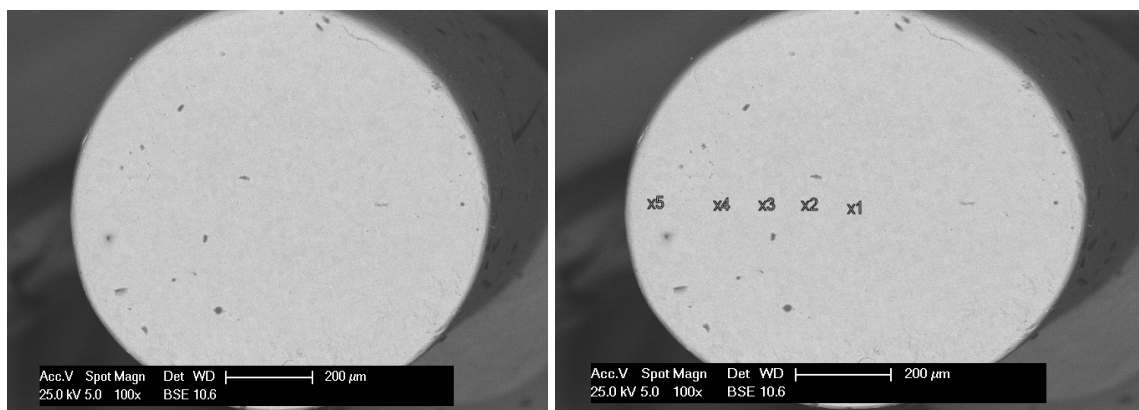
bod x2		
prvek	Wt%	At%
Fe	11,55	12,08
Ni	88,45	87,92

bod x3		
prvek	Wt%	At%
Fe	9,22	9,65
Ni	90,78	90,35

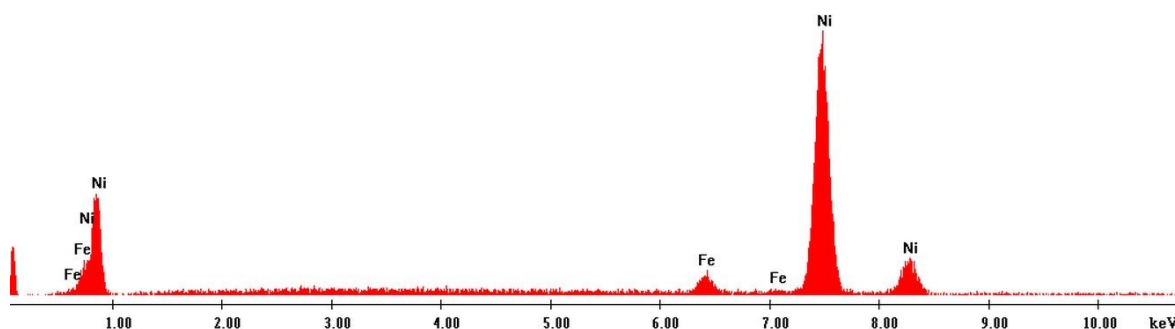
bod x4		
prvek	Wt%	At%
Fe	6,23	6,53
Ni	93,77	93,47

bod x5		
prvek	Wt%	At%
Fe	8,71	9,12
Ni	91,29	90,88

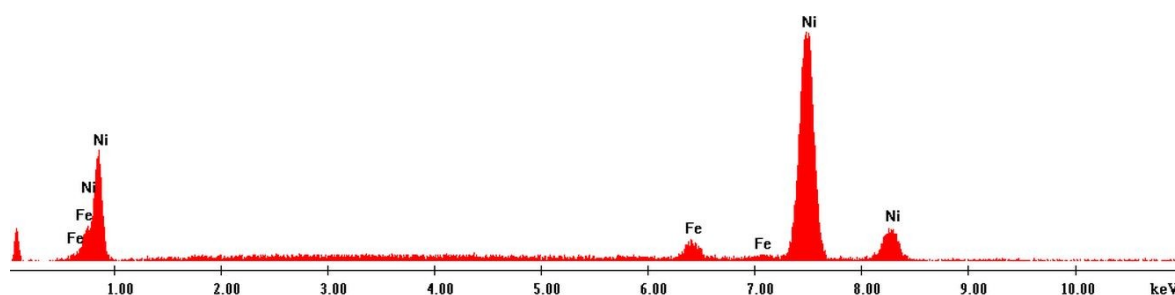
7.4.8 Detail povrchu a chemický rozbor M-Pin -SL 01.589.322 – 3 po (PŘEDPAJOVACÍ PROFIL a PŘEDPAJOVACÍ + ZATAVOVACÍ PROFIL)

Obr.56 Povrch M-Pin -SL 01.589.322 - 3

Na fotografiích je zobrazen snímek povrchu pinu, zvětšení 100x. Na povrchu nejsou patrné žádné nerovnosti ani porušení Ni povlaku. Na pravé fotografii je vyznačen odběr vzorku pro chemickou analýzu.



Obr.57 Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-3 v bodě x1



Obr.58 Chemický rozbor M-Pin-SL 01.589 322-3 v bodě x5

Tab.22 Hodnoty chemických rozborů M-Pin-SL 01.589 322-3 v bodě x1, x2, x3, x4 a x5

bod x1		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,80	3,99
Ni	96,20	96,01

bod x2		
prvek	Wt%	At%
Fe	4,83	5,07
Ni	95,17	94,93

bod x3		
prvek	Wt%	At%
Fe	2,63	2,76
Ni	97,37	97,24

bod x4		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,27	3,44
Ni	96,73	96,56

bod x5		
prvek	Wt%	At%
Fe	3,91	4,11
Ni	96,09	95,89

8 Závěr

Diplomová práce byla zaměřena na změnu niklové povrchové vrstvy po tepelném zpracování. Základní materiál pinů tvoří slitina nikl-železo (NiFe 47), na kterém je pomocí metody Watts nanесena tenká vrstva niklu.

Povlakováním byly vytvořeny vrstvy Ni tloušťek v rámci jednotek mikrometrů, které nepřesáhly hodnot desítek mikrometrů. Po tepelných profilech nedošlo k obnažení základního materiálu.

Struktura povrchu a chemický rozbor byl proveden řádkovacím elektronovým mikroskopem (SEM mikroskopie). Chemický rozbor v centru nanotechnologií se sídlem na VŠB-TU Ostrava na elektronovém mikroskopu EDAX PHILIPS XL 30, pořízené fotografie byly při zvětšení 50x, 65x a 100x.

Z chemického rozboru vyplývá, že po tepelném procesu se v niklové vrstvě vyskytuje nepatrné množství železa ze základního materiálu NiFe 47.

Z technicko - ekonomického hlediska lze říci, že při zvolených technologických teplotních parametrech nedošlo k obnažení základního materiálu a proto jsou výsledky v této diplomové práci pro firmu SCHOTT použitelné v praxi.

Seznam použité literatury

- [1] SCHOTT s.r.o, Lanškroun, *The Word of SCHOTT*, 39s.
- [2] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://www.schott.com/czechia/czech/news/press.html?NID=4047&freturl=%2Fczechia%2Fczech%2Fcompany%2Flanskroune.html>>
- [3] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://www.schott.com/czechia/czech/company/lanskroune.html>>
- [4] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <http://www.schott.com/czechia/czech/applications/home_appliance.html>
- [5] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://www.schott.com/architecture/english/products/anti-reflective-glass/amiran.html?so=czechia&lang=czech>>
- [6] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://www.schott.com/photovoltaic/english/schott-perform-poly.html?so=czechia&lang=czech>>
- [7] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <http://www.schott.com/pharmaceutical_packaging/english/syn/tubing/special_glass/pharma_packaging.html?so=czechia&lang=czech>
- [8] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://www.schott.com/czechia/czech/index.html>>.
- [9] *Schott* [online]. 2014 [cit. 2014-01-10]. Stránky firmy Schott s.r.o. Dostupné z WWW: <http://www.schott.com/epackaging/english/opto/to_headers.html?so=czechia&lang=czech>
- [10] Pope D. P., Ezz S. S.: *Mechanical properties of Ni₃Al and nickel-base alloys with high volume fraction of γ'* , International Metals Reviews, 29,1984, s.136–167

- [11] DAVIS, J., R. *ASM Speciality Handbook: Nickel, Cobalt and their Alloys*. ASM Ohio, USA, 2000. 421 s.
- [12] PÍŠEK, F., JENÍČEK, L., RYŠ, P., CENEK, M. *Nauka o materiálu I: Nauka o kovech, 3. svazek, Neželezné kovy*. ACADEMIA, Praha, 1973, 595 s.
- [13] WIKIPEDIA, [online]. 2014 [cit. 2014-03-10], Stránky WIKIPEDIE Otevřená encyklopedie
- [14] METAL2014 [online]. 2014 [cit. 2014-03-10]. Stránky firmy TANGER, spol. s.r.o. Dostupné z WWW: <http://www.metal2014.com/files/proceedings/metal_06/papers/210.pdf>
- [15] PTÁČEK, L. a KOLEKTIV, *Nauka o materiálu II*, CERM s.r.o., 2002, (2. opr. a rozš. vyd). ISBN 80-7204-248-3, 383s.
- [16] AZOM [online]. 2000-2014 [cit. 2014-03-10]. Stránky firmy AZoNetwork UK a.s. Dostupné z WWW: <<http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9403>>
- [17] Htest [online]. 2010 [cit. 2012-04-14]. Stránky společnosti Alloy Wire International a.s., Dostupné z WWW: <http://www.alloywire.com/nilo_alloy_52.html>
- [18] KRAUS, V. *Povrchy a jejich úpravy*, 174 stran. [online] [cit. 2014-03-19], Dostupné z WWW: <<http://tzs.kmm.zcu.cz/POUcelk.pdf>>
- [19] J.V.Š. s.r.o. Linky pro galvanické pokovování [online]. [citováno 2014-03-19] Obrázek. Dostupné z WWW: <<http://www.jvs-sro.cz/102-bubnove-agregaty/>>
- [20] MOHYLA, M.: *Technologie povrchových úprav kovů*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7
- [20] DIN 17745:2002-09, *Knetlegierungen aus Nickel und Eisen*, 2002
- [21] SHM [online]. 2007 [cit. 2014-04-14]. Stránky firmy SHM, s.r.o. Dostupné z WWW: <<http://shm-cz.cz/files/literatura/37.pdf>>

Poděkování

Chtěla bych tímto poděkovat vedoucí diplomové práce paní doc. Ing. Jitce Podjuklové, CSc. za její pomoc při tvorbě této práce. Také děkuji Ing. Lence Koldové za připomínky a rady. Dále bych ráda vyslovila poděkování pracovníkům firmy SCHOTT s.r.o. Lanškroun, kteří mi vždy vyšli vstříc při poskytování informací. Speciální poděkování patří panu Ondřeji Rouskovi a panu Radku Šilarovi za jejich odborné rady a asistenci při vypracování praktické části diplomové práce. Děkuji také své rodině a příteli za podporu, kterou mi projevovali po celou dobu mého studia.

Veronika Budišová